

Method of producing seamless capsule.

(12)

Patent Number: EP0595263, B1

Publication date: 1994-05-04

Inventor(s): SUZUKI TOSHIYUKI C O FREUND IN (JP); IKEDA MASAYUKI C O FREUND INDU (JP); OKUDA TAKAHIRO C O FREUND INDU (JP)

Applicant(s): FREUNT IND CO LTD (JP)

Requested Patent: JP6134292

Application Number: EP19930117343 19931026

Priority Number (s): JP19920289205 19921028

IPC Classification: B01J13/04

EC Classification: B01J13/04

Equivalents: DE69307264D, DE69307264T, JP3405746B2, US5478508

Cited patent(s): US3423489; FR2336176; DE2746489

Abstract

A process for producing a seamless capsule wherein a two-layer droplet is ejected from a double orifice type nozzle in an aqueous hardening liquid, and an outer layer of the droplet is hardened under cooling, the viscosity of the aqueous hardening liquid being made within the range of 20 to 100 mPa.s, and any difference in specific gravity between any two of the liquids of the layers ejected from the nozzle and the aqueous hardening liquid is made within 0.05. 

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(12)

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-134292

(43)公開日 平成6年(1994)5月17日

(51)Int.Cl.⁵
B 01 J 13/14
A 61 J 3/07識別記号 F
F
6345-4G府内整理番号 F I
B 01 J 13/02

技術表示箇所 H

審査請求 未請求 請求項の数4(全7頁)

(21)出願番号 特願平4-289205

(22)出願日 平成4年(1992)10月28日

(71)出願人 000112912
フロイント産業株式会社
東京都新宿区高田馬場2丁目14番2号

(72)発明者 鈴木 敏行
東京都新宿区高田馬場2丁目14番2号 フ
ロイント産業株式会社内

(72)発明者 池田 雅行
東京都新宿区高田馬場2丁目14番2号 フ
ロイント産業株式会社内

(72)発明者 奥田 崇弘
東京都新宿区高田馬場2丁目14番2号 フ
ロイント産業株式会社内

(74)代理人 弁理士 筒井 大和

(54)【発明の名称】 シームレスカプセルの製造方法

(57)【要約】

【目的】 良好な形状のシームレスカプセルの製造を可能にする。

【構成】 二重オリフィス構造の多重ノズルから水性硬化用液中に二重液滴を噴出させ、その外層を冷却硬化せしめてシームレスカプセルを製造する方法であって、前記水性硬化用液の粘度を20~100 mPa·sとする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】二重オリフィス型の多重ノズルを用いて水性硬化用液中に二重液滴を噴出させ、その外層を冷却硬化せしめてシームレスカプセルを製造する方法であつて、前記水性硬化用液の粘度を20~100 mPa·sとすることを特徴とするシームレスカプセルの製造方法。

【請求項2】前記水性硬化用液が水溶性高分子の水溶液であることを特徴とする請求項1記載のシームレスカプセルの製造方法。

【請求項3】二重オリフィス型の多重ノズルを用いて水性硬化用液中に二重液滴を噴出させ、その外層を冷却硬化せしめてシームレスカプセルを製造する方法であつて、前記多重ノズルの二重オリフィスから噴出する前記各層の液体および前記水性硬化用液相互間の比重差をいずれも0.05以内とすることを特徴とするシームレスカプセルの製造方法。

【請求項4】噴出する前記各層の液体および硬化用液相互間の比重差をいずれも0.05以内とすることを特徴とする請求項1または2記載のシームレスカプセルの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、シームレスカプセルの製造方法、特に、形状の良好なシームレスカプセルの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、二重オリフィス、三重オリフィスなどの多重オリフィス型の多重ノズルから硬化用液中に同心多層液を噴出して多層液滴を形成し、該液滴の少なくとも最外層を硬化させてシームレスカプセルを製造する方法は広く知られている。

【0003】シームレスカプセルのうち、最も構造が簡単で一般に利用されているのは、二重オリフィスを用いて製する単核二重カプセルであり、これはまた、外層を冷却固化させる方法によって製することが多い。

【0004】単核二重カプセルの構成は大別して、内封する液が水性のものと油性のものがあり、前者は外層としてはワックスなどの親油性のものを、後者はゼラチン、アルギン酸塩、寒天などの親水性のものを用いる。

【0005】そして、このような単核二重カプセルを製造するには、外層のアルギン酸ナトリウムをカルシウム塩の水溶液で反応硬化させるような化学反応方式を除き、冷却固化させる方式が採用され、この場合、外層が親油性のものに対しては水を、親水性のものに対しては植物油や流動パラフィンのような油性の硬化用液を用いる。

【0006】単核二重カプセルのうち、内封液が油性のものについては、口中清涼剤などの用途を中心に、その製法や構成について多くの提案がなされているが、内封液が水性のものについては、未だ十分な検討が加えられ

ていない。

【0007】たとえば、米国特許第3,389,194号には、内封液を水、外層をワックスとし、硬化用液として水を用いる例が記載されているが、その開示は單に原理的なものに止まり、各成分に必要とされる条件については全く触れるところがない。

【0008】また、スイス特許第563,807号にも上記米国特許と類似した方法が開示されており、内封液が水、外層が溶融パラフィン、硬化用液が水の系であるが、これも各成分についてそれ以上に詳細な記載はない。

【0009】近年になって、水性液を内封するシームレスカプセルの構成については異なる方向に発展した。たとえば、特開昭56-89833号公報は、水性液をゼラチンの外層被膜中に内封させるため、水性液が酸性でない場合はタンニンを、酸性の場合は腸溶性被膜剤をゼラチンに加えて外層を保護する方法であって、硬化用液には植物油などの油性物質を用いる方法を開示している。

【0010】また、特開平3-52639号公報は、内封する水性液と外層のゼラチンとの間にショ糖脂肪酸エステル(SAIB)を介在させる方法であって、硬化用液には同じく油性物質を用いる方法を開示している。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】前記したように、内封液を水、外層をパラフィン等の油性物質、硬化用液を水とする方法は古くから提案されていたが、実用化には至っていない。

【0012】すなわち、この方法はシームレスカプセル製造過程で偏肉やピンホールが生じ易く、このため内封された水が蒸発して失われ、保存に耐えないという致命的な欠点を有していた。これは、外層がゼラチンのように可撓性があり、かつ徐々に硬化するものと異なり、クラックが入り易く、凝固点がシャープなパラフィン等であるため、前記した欠陥が生じ易いためと考えられる。

【0013】このように、外層をワックス類で形成する方法に困難性があるため、前記したようなゼラチンを外層とする方法が提案された。

【0014】しかし、前記特開昭56-89833号公報の方法は外層の水分遮断性が十分でなく、内封した水分の逸失は免れない。また、前記特開平3-52639号公報の方法は、中間のショ糖脂肪酸エステルの融点が低いため、常温で液状となり、内封液の水分を遮断することができず、実用的ではない。

【0015】そのため、これらのゼラチン外層の改良法は水分の他にグリセリンやポリエチレングリコールを多量に含有するような内封液にしか適用できず、水分を主とする内封液を有し、長期間にわたり保存に耐えるシームレスカプセルを製造する方法は見い出されていないのが現状である。

【0016】本発明の1つの目的は、水性液を内封し、長期間の保存に耐えるシームレスカプセルを製造する技術を提供することにある。

【0017】本発明の他の1つの目的は、良好な外形を有するシームレスカプセルを製造できる技術を提供することにある。

【0018】本発明の他の目的は、均一な粒径と均一な厚みの外層を持つシームレスカプセルを製造できる技術を提供することにある。

【0019】

【課題を解決するための手段】本願において開示される発明のうち、代表的なものの概要を簡単に説明すれば、下記のとおりである。

【0020】本発明者らは、水を内封する長期保存が可能なシームレスカプセルを製造するには、原理的に外層を親油性物質で構成するのが有利であることから、この方式について観察研究し、良好な外層を得るために、その厚さが均一で、かつカプセルの変形がないことが必要であり、これを実現するためには硬化用液の粘度を20～100 mPa·s とすることと、内封液、外層用の液および硬化用液の三者相互間の比重差がいずれも0.05以内であることとのいずれか一方の条件を満足することが有効であり、さらに、この両条件とも満足すればさらに良好な結果が得られることを発見し、本発明を完成した。

【0021】請求項1記載の発明においては、水性硬化用液の粘度を20～100 mPa·s とするものである。

【0022】前記したように、水を冷却硬化用液とする方法は古くから提案されているものの、その粘度がシームレスカプセルの品質に影響を与えることは知られておらず、本発明者らによってはじめて上記範囲が好適であることが見い出された。

【0023】本発明者らの研究によれば、水性硬化用液の、粘度が20 mPa·s 未満では、オリフィスから噴出されるジェット流が不安定となって不規則に揺動し、このため液滴の大きさのばらつきが大きくなったり、偏肉が発生したりする一方、100 mPa·s を超えると、ジェット流の受け抵抗が大きくなつてその流速を実用的な生産速度に見合う速度に設定することができないことが判明した。

【0024】水性硬化用液の粘度を前記範囲にすることは、グリセリン、縮合グリセリン、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、糖類、糖アルコールなどの低分子物質の水溶液を用いてもよいが、水溶性高分子の水溶液を用いるのが好ましい。

【0025】これは、本発明に必要な粘度を与える水溶液を得るのに、低分子物質ではかなりの高濃度溶液とする必要があり、溶液の比重の上昇、生成カプセルの洗滌条件を強化する必要性など好ましくない問題があるので対して、高分子物質を用いればそのような不利が生じな

いからである。

【0026】水溶性高分子としては、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸またはその塩、ポリアクリルアミド、カルボキシビニルポリマー、ポリビニルピロリドン、ポリビニルメチルエーテル、酢酸ビニルやビニルエーテルなど無水マレイン酸との共重合体、ポリエチレングリコール、ポリオキシエチレンなどの合成高分子、ヒトロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロビルセルロース、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロースナトリウムあるいはこれらの混合セルロースエーテル、澱粉、酸化澱粉、デキストリン、ヒドロキシプロピルスター、カルボキシメチルスター、磷酸澱粉等のセルロースや澱粉の変成物が例示される。

【0027】請求項3記載の発明は、内封液、外層用液および硬化用液の3液について、その比重がどの2液をとっても相互間の比重差が0.05以内になるような液の組合せを用いることを特徴とする。

【0028】古くから提案されている水を冷却硬化用液とする方法において、外層にパラフィンのような比重の小さな物質を用いたとき、良好なシームレスカプセルが得られないことの原因の1つが、この比重差があることが本発明者らによって究明され、上記特徴が見い出された。

【0029】これに対して、前記いずれかの2液の比重差（すなわち、3液の最大比重と最小比重の差）が0.05を超えると、外層膜の厚みが不均一となって偏肉現象が生じ、強度が弱くなり、また内封した水分の透過が大きくなる。

【0030】なお、本発明における2液間の比重差は、液滴が硬化用液と接触して外層が硬化するまでの間に液滴の形状に影響を与えるものであるから、その時の温度における比重によって判断されるものであり、各液の温度は原則的に等しくない。

【0031】本発明の目的は、請求項1記載の発明と請求項3記載の発明のいずれか一方によって達成されるが、両発明を併用すれば、さらに良好な結果が得られる。

【0032】本発明において、多重ノズルの二重オリフィスは、水性硬化用液中に浸漬されていても、また空気中にあって噴出した液滴を硬化用液に滴下する方式でもよいが、液中方式のほうが噴出時における液滴に衝撃を与えない点から好ましい。

【0033】本発明の方法は、水性液や親水性溶媒を内封するシームレスカプセルの他、外層を溶解しない溶媒や、冷却によって固化する物質の内封に適用可能である。

【0034】また、外層としては水性硬化用液に溶解しない物質で、安定に融解し、水性硬化用液中で冷却により凝固するものであればよく、ワックス類、油脂、パラフィン、熱可塑性樹脂などが例示される。

【0035】外層液は親油性で、他の2液とは性質が異なることが多いため、比重も他の2液と異なる場合が多く、このときは外層液と相溶性の比重が異なる物質を添加することによって請求項3記載の発明の範囲に調整するのが望ましい。

【0036】

【実施例】図1は本発明の方法を実施するためのシームレスカプセル製造装置を示す概略説明図である。

【0037】まず、図1のシームレスカプセル製造装置について説明すると、この装置はいわゆる液中ノズル式の構造で、後述の如く多重ノズルの二重オリフィスの少なくとも液滴噴出部が水性硬化用液の中に浸漬されている構造のものである。

【0038】すなわち、図1のシームレスカプセル製造装置において、シームレスカプセルSCを形成するための芯液である内封液1は内封液用タンク2の中に貯留され、またこの内封液1を被覆する被膜液である外層液3は外層液用タンク4の中に貯留されている。

【0039】内封液1はポンプ5により内封液用タンク2から管路6を経て二重オリフィスを持つ多重ノズル7に圧送される一方、外層液3はポンプ8により外層液用タンク4から管路9を経て前記多重ノズル7に圧送される。

【0040】本実施例におけるシームレスカプセル製造装置は液中ノズル式の構造であるので、多重ノズル7は水性硬化用液10を供給するための主流路を形成する主流路管26の入口部に挿入された二重オリフィス構造であり、この水性硬化用液10中に内封液1と外層液3とを二重オリフィスから噴出し、後者が前者の全周囲を被覆するように構成されている。

【0041】そして、本実施例では、二重オリフィス型の多重ノズル7は加振装置25で加振される構造が採用*

表1(実施例1)

	処 方	流量(流速)	粘 度	比 重	温 度
内封液	精 製 水 : 100部	0.22 ml/sec.	——	1.000	22.6°C
外層液	グリセリン脂肪酸エステル (融点42°C) : 70部 ショ糖脂肪酸エステル (融点36°C) : 30部	0.10 ml/sec.	——	0.943	70.0°C
硬化液	精 製 水 : 99部 HPC-H : 1部	9 cm/sec.	60 mPa·s	1.005	32.0°C

【0050】

*されている。

【0042】したがって、本実施例では、多重ノズル7から噴出された内封液1と外層液3とは、加振装置25で多重ノズル7に与えられる振動により主流路管26内の水性硬化用液10の中において多層液滴として形成され、主流路管26の中を流れるにつれて水性硬化用液10の働きで硬化され、シームレスカプセルSCとして形成される。

【0043】そして、このようにして形成されたシームレスカプセルSCは、主流路管26の出口端から分離タンク16の傾斜多孔体17の上に水性硬化用液10と共に流下し、該傾斜多孔体17で水性硬化用液10から分離され、かつ該傾斜多孔体17の傾斜面上を転がって製品回収容器18の中に回収される。

【0044】なお、本実施例において、分離タンク16内の水性硬化用液10はポンプ19により管路20を経て冷却タンク21に圧送される。冷却タンク21内での水性硬化用液10は冷却器22で所定の温度に冷却された後、ポンプ23により管路24を経て主流路管26の中に戻される。

【0045】(実施例1～3)図1に示す装置によりシームレスカプセルを製造した。

【0046】実施例1は請求項1記載の発明の実施例、実施例2は請求項3記載の発明の実施例、実施例3はこれらの両発明を実施した例である。

【0047】実施例1～3と比較例は、共にカプセル径3.0 mm、外層の厚み130 μm、内封液の量14.5 mg、カプセルの生産量15個/秒とした。

【0048】以下に、実施例1～3を表1～3、比較例を表4にそれぞれ示す。

【0049】

【表1】

【表2】

7

8

表2(実施例2)

	処 方	流量(流速)	粘 度	比 重	温 度
内封液	精製水 : 100部	0.22 ml/sec.	——	1.000	22.6°C
外層液	グリセリン脂肪酸エステル (融点42°C) : 50部 ショ糖脂肪酸エステル (融点36°C) : 50部	0.10 ml/sec.	——	0.980	70.0°C
硬化液	精製水 : 99.75部 HPC-H : 0.25部	9 cm/sec.	6 mPa·s	1.002	32.0°C

【0051】

* * 【表3】

表3(実施例3)

	処 方	流量(流速)	粘 度	比 重	温 度
内封液	精製水 : 100部	0.22 ml/sec.	——	1.000	22.6°C
外層液	グリセリン脂肪酸エステル (融点42°C) : 50部 シショ糖脂肪酸エステル (融点36°C) : 50部	0.10 ml/sec.	——	0.980	70.0°C
硬化液	精製水 : 99部 HPC-H : 1部	9 cm/sec.	60 mPa·s	1.005	32.0°C

【0052】

※ ※ 【表4】

表4(比較例)

	処 方	流量(流速)	粘 度	比 重	温 度
内封液	精製水 : 100部	0.22 ml/sec.	——	1.000	22.6°C
外層液	グリセリン脂肪酸エステル (融点42°C) : 70部 シショ糖脂肪酸エステル (融点36°C) : 30部	0.10 ml/sec.	——	0.943	70.0°C
硬化液	精製水 : 99.75部 HPC-H : 0.25部	9 cm/sec.	6 mPa·s	1.002	32.0°C

【0053】実施例1～3と比較例で製造したシームレスカプセルの硬度を、それぞれ50個について測定し、その平均値とCV値(変動係数)を求めた。硬度の測定はシュロイニゲル硬度計 Model-4M を用いた。

【0054】その硬度測定結果を表5に示す。これらの実施例1～3と比較例から明らかのように、実施例1～★

★3の場合はシームレスカプセルの硬度が大きく、このことは実施例1～3のものは保存性が良く、長期保存に耐えるものであることを示していることがわかる。

【0055】

表5

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例
硬度(Kg/cm ²)	2.1	1.9	3.2	0.9
CV値(%)	4.1	4.2	3.1	3.3

【0056】(実施例4)実施例1～3と同様の装置で梅酒のシームレスカプセルを製造した。

【0057】この場合、カプセル径5mm、外層の厚み50μm、内封液の量47mg、カプセルの生産量30個/秒とした。製造条件を表6に示す。このカプセル

の硬度は50個の平均3.8kg/cm²、CV値は3.9%

%であった。

【0058】本実施例4の場合も、カプセルの硬度が大きく、保存性が良好であることが判明した。

* 【0059】
【表6】

表6 (実施例4)

	処 方	流量(流速)	粘 度	比 重	温 度
内封液	梅 酒 : 100部	1.38 ml/sec.	——	1.028	25.0°C
外層液	グリセリン脂肪酸エステル (融点42°C) : 50部 ショ糖脂肪酸エステル (融点36°C) : 50部	0.59 ml/sec.	——	0.980	70.0°C
硬化液	精 製 水 : 99部 HPC-H : 1部	9 cm/sec.	60 mPa·s	1.005	23.0°C

【0060】(実施例5)実施例1~4と同様の装置で漢方エキス(小柴胡湯エキス)シームレスカプセルを製造した。カプセル径3.0mm、外層の厚み129μm、内封液の量11.0mg、カプセルの生産量10個/秒とした。製造条件を表7に示す。このカプセルの硬度は50個の平均3.2kg/cm²、CV値は37%であつ※20

※た。

【0061】本実施例5の場合も、カプセルの硬度が大きく、長期保存に耐えるものである。

【0062】
【表7】

表7 (実施例5)

	処 方	流量(流速)	粘 度	比 重	温 度
内封液	小柴胡湯エキス : 125部 精 製 水 : 75部	0.11 ml/sec.	——	1.029	40.7°C
外層液	グリセリン脂肪酸エステル (融点42°C) : 50部 ショ糖脂肪酸エステル (融点36°C) : 50部	0.10 ml/sec.	——	0.980	70.0°C
硬化液	精 製 水 : 99部 HPC-H : 1部	9 cm/sec.	60 mPa·s	1.005	32.0°C

【0063】

【発明の効果】本願において開示される発明のうち、代表的なものによって得られる効果を簡単に説明すれば、下記のとおりである。

【0064】(1). 本発明によれば、水性液を内封し、長期間の保存に耐えるシームレスカプセルを得ることができる。

【0065】(2). また、本発明によれば、所望の良好な形状を持つシームレスカプセルを得ることができる。

【0066】(3). さらに、本発明によれば、均一な粒径を持つシームレスカプセルを得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を実施するための液中ノズル式のシームレスカプセル製造装置の一実施例を示す概略説明図である。

【符号の説明】

- 1 内封液
- 2 内封液用タンク

- 3 外層液
- 4 外層液用タンク
- 5 ポンプ
- 6 管路
- 7 多重ノズル(二重オリフィス)
- 8 ポンプ
- 9 管路
- 10 水性硬化用液
- 16 分離タンク
- 17 傾斜多孔体
- 18 製品回収容器
- 19 ポンプ
- 20 管路
- 21 冷却タンク
- 22 冷却器
- 23 ポンプ
- 24 管路
- 50 25 加振装置

11

12

26 主流路管

S C シームレスカプセル

[図1]

1 : 内封液
 3 : 外層液
 7 : 多重ノズル（二重オリフィス）
 10 : 水性硬化用液
 26 : 主流路管
 S C : シームレスカプセル

図1

